第41卷 第5期
2021年10月
桂林电子科技大学学报
Journal of Guilin University of Electronic Technology
Vol. 41, No. 5
Oct. 2021

基于纳米压痕法的富Sn相应力-应变关系的研究

刘志高[1]，侯 斌[2]，刘天寒[1]，秦红波[1]

(1.桂林电子科技大学 机电工程学院，广西 桂林 541004；
2.广东省焊接技术研究所，广州 510651)

摘 要：在电子封装领域中，所用的无铅钎料主要是二元或者三元Sn基共晶或近共晶合金，其基体相为富Sn相。为得到富Sn相的力学性能及应力-应变关系，由纳米压痕试验测试获得了富Sn相的弹性模量与硬度，并得到载荷-位移曲线。采用有限元反演分析的方法确定了富Sn相的特征应力和特征应变，并由量纲函数确定应变强化指数。将特征应力和特征应变强化指数等参数代入幂强化模型中，计算得到富Sn相的屈服强度为31.51 MPa，并最终确定富Sn相的应力-应变关系函数表达式。

关键词：富Sn相；纳米压痕法；有限元分析；反演分析；应力-应变关系

中图分类号：TG425.1 **文献标志码**：A **文章编号**：1673-808X(2021)05-0000-00

Research on the stress-strain relationship of Sn-rich phase based on nanoindentation

LIU Zhigao[1], HOU Bin[2], LIU Tianhan[1], QIN Hongbo[1]

(1. School of Mechatronic Engineering, Guilin University of Electronic Technology, Guilin 541004, China;
2. Guangdong Welding Institute, Guangzhou 510651, China)

Abstract: At present, the lead-free solders used are mainly binary or ternary Sn-based eutectic or near-eutectic alloys in the field of electronic packaging, and the matrix phase is Sn-rich phase. In order to obtain the mechanical properties and stress-strain relation of the Sn-rich phase, the elastic modulus E and the hardness H of the Sn-rich phase were obtained by nanoindentation test, and the load-displacement curve was obtained. Then, the representative stress and representative strain of the Sn-rich phase are determined by the finite element reverse analysis method, and the strain hardening exponent n was determined by the dimensional function. Finally, the above parameters were substituted into the power-law stress-strain behavior model, the yield strength of Sn-rich phase was calculated to be 31.51 MPa, and the expression of stress-strain relation function of Sn-rich phase was finally determined.

Key words: Sn-rich phase; nanoindentation; finite element analysis; reverse analysis; stress-strain relationship

电子封装从广义上讲就是将构成电子产品的各种晶体管、裸芯片、引线、电路、基板和其它封装材料等按照规定或者设计的要求合理密封、布置、固定和连接，实现与外部环境隔离、屏蔽及保护，最终组装成电子产品的整个工艺过程，而狭义的电子封装则是指将半导体晶体管或裸芯片密封、固定并引出接线端子的工艺技术，从而实现对晶体管或裸芯片的保护并增强其环境适应性[1]。在电子封装领域，焊点有机械支撑、电气连接与信号通道的用途。国内外研究者已达成共识：电子封装系统中最薄弱的环节是焊点，焊点的力学失效引起了电子产品和设备的失效。随着电子产品小型化、便携化、多功能化的发展趋势，电子封

收稿日期：2020-04-26
基金项目：国家自然科学基金(51505095，51805103)；广西自然科学基金(2018GXNSFAA281222)；广西科技计划(AD18281022)；桂林电子科技大学研究生教育创新计划(2020YCXS001，2019YCXS002)
通信作者：秦红波(1986—)，男，副教授，博士，研究方向为电子元器件与微纳结构可靠性，电子封装材料、焊接材料与工艺，工程有限元分析。E-mails：qinhb@guet.edu.cn
引文格式：刘志高，侯斌，刘天寒，等.基于纳米压痕法的富Sn相应力—应变关系的研究[J].桂林电子科技大学学报，2021，41(5)：

装密度不断提高,焊点尺寸持续减小。例如,与传统的球栅阵列(BGA,焊球直径 700～1 000 μm)和微球栅阵列(μ-BGA,焊球直径 300～500 μm[2])微焊点相比,目前典型倒装芯片微焊点直径达到 100 μm 以下,2024 年将达到 35 μm[3]。

值得注意的是,焊点力学行为表征和失效分析的重要依据是材料或者物相力学性能和应力-应变关系。由于万能拉伸机测得的大尺寸试样不能很好地表征微焊点中材料或者物相的微观力学行为[4],纳米压痕技术的出现为微焊点力学性能测量提供了手段。纳米压痕技术通过得到的载荷-位移的关系曲线,从而得到微焊点材料及其物相的硬度、弹性模量、蠕变等力学性能,例如:Chromik 等[5]通过纳米压痕测试获得了微焊点中 Ag_3Sn、Cu_6Sn_5 和 Cu_3Sn 等金属间化合物的硬度及弹性模量等力学性能;孙祥霞等[6]借助纳米压痕试验方法,研究了 Bi 和 Ni 对 Cu/SAC/Cu 微焊点体钎料蠕变性能的影响;Xiao 等[7]通过纳米压痕的方法研究了 Sn-3.0Ag-0.5Cu/Cu 接头界面处金属间化合物的硬度、弹性模量和蠕变与应变速率之间的关系;王凤江等[8]利用纳米压痕技术测量了 Sn-Ag-Cu 无铅钎料 BGA 焊点的弹性模量。此外,通过纳米压痕技术还可构建金属材料的应力-应变关系函数表达式(力学本构方程),例如:Dao 等[9]提出了特征应力和特征应变的概念,并建立了可以求解金属材料塑性性能的量纲函数;马永等[10]认为可在 Dao 等[9]提出的理论基础上利用纳米压痕技术和有限元反演分析确定弹性模量 E 为 55～600 GPa、屈服强度 σ_y 为 0.1～10 GPa、应变强化指数 n 为 0～0.6 的金属材料的屈服强度及应变强化指数等塑性性能;秦飞等[11]基于马永等[10]的反演分析方法,并利用 Dao 等[9]建立的量纲函数,确定了电子封装微互联结构 TSV-Cu 的屈服强度等力学性能参数和弹塑性力学本构方程(应力-应变关系函数表达式)。

在电子工业中,目前开发的无铅钎料(如 SnAg、SnCu、SnAgCu 和 SnBi 等)大多以富 Sn 相为基体[12],富 Sn 相的应力应变关系很大程度决定了微焊点的力学失效行为。目前,针对无铅钎料合金应力-应变关系的研究较多[13],而钎料合金微观组织中富 Sn 相应力-应变关系尚不明确,导致无法进行微观组织力学行为分析。基于上述研究背景和现状,制备了典型无铅钎料 SnBi 合金中的富 Sn 相单相固溶体试样,采用纳米压痕技术测试了该富 Sn 相固溶体试样的载荷-位移曲线,通过马永等[10]提出的反演分析方法,将有限元模拟结果与纳米压痕试验测试所得结果作对比,并利用 Dao 等[9]建立的量纲函数,最终得出富 Sn 相的应力-应变关系函数表达式。

1 试验方法

1.1 单相固溶体的制备及纳米压痕试验的参数

Sn-Bi 钎料合金中,富 Sn 相是 Bi 原子溶解在 Sn 中的单相固溶体,Bi 在 Sn 中的固溶度为 1.5 at%[14]。1)原材料选取纯度为 99.995%的 Sn 锭和 Bi 块,将它们切割成小块状,用高精密天平对其进行称量,金属 Sn 的质量为 600.000 g,金属 Bi 质量为 16.080 g;2)在坩埚中加入 50 g 松香作为抗氧化剂和覆盖剂,将锡炉温度调整到 250 ℃,待松香融化后加入称量好的金属 Sn 和金属 Bi;3)等金属完全熔化后,锡炉保持 250 ℃ 1 h 并每隔 10 min 用玻璃棒搅拌一次金属,将坩埚取出并将其中的液态金属倒入钢制模具中,凝固后打开模具,取出富 Sn 相固溶体合金;4)利用线切割的方法将制备的富 Sn 相固溶体合金切割出一块边长约为 10 mm 的正方体试样,剩余的固溶体合金根据 GBT/228.1—2010 机加工成总长度为 90 mm,长度方向中间受力处横截面积为 $2.0\times5.0\ mm^2$ 的犬骨状试样,用于拉伸试验,将正方体试样放置到树脂与固化剂的质量比为 5∶4的水晶胶中,待水晶胶凝固后,采用系列砂纸打磨、抛光制备金相试样,以用于后续的纳米压痕试验测试。

纳米压痕试验采用的设备是安捷伦 G200 纳米压痕仪,该设备位移分辨率为 0.01 nm,载荷分辨率为 50 nN。试验采用 Berkovich 压头,对富 Sn 相金相试样进行纳米压痕试验测试。纳米压痕试验测试点为 5 个,压入深度均为 500 nm,加载应变率为 $0.05\ s^{-1}$。

1.2 试验原理

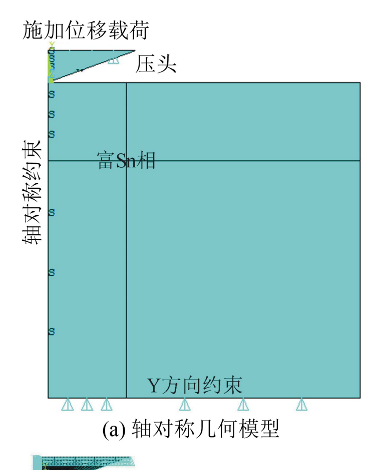
金属材料的塑性性能常采用幂强化模型来描述,对于各向同性材料,弹塑性应力-应变关系为

$$\sigma=\begin{cases}E\varepsilon,\sigma\leqslant\sigma_y,\\ R\varepsilon^n=\sigma_y\left(1+\dfrac{E}{\sigma_y}\varepsilon_p\right)^n,\sigma>\sigma_y,\end{cases}\tag{1}$$

其中:E 为弹性模量;R 为强度系数;n 为应变强化指数;σ_y 为屈服强度;ε_p 为塑性应变。弹性模量 E 可由纳米压痕测试得到,并记录试验载荷-位移曲线;屈服强度 σ_y 和应变强化指数 n 则需特征应力、特征应变与量纲函数[9]确定,其中特征应力 σ_r 和特征应变 ε_r 是应力应变曲线上一个代表点的值,可以由有限元反演方法确定[10]。将这些参数代入幂强化模型中,得出富 Sn 相的应力-应变关系函数表达式。

1.3 有限元仿真

在结构轴对称时，二维轴对称有限元模型与三维轴对称有限元模型具有相同的精度[10]。因此，为了更好地提高运算效率，在 ANSYS 软件中采用二维轴对称有限元模型对纳米压痕测试的加载阶段进行模拟仿真。在二维有限元模型（见图 1）中，单元类型采用 PLANE182 单元，选取 TRAGE169 和 CONTA172 作为接触单元。Berkovich 压头可以等效为顶角为 140.6°的圆锥压头[15]，在二维轴对称模型中压头可以等效为顶角（靠近试样的角）为 70.3°的三角形，被压试样为边长 40 μm 的正方形。为了在节省运算时间的同时，确保运算的准确性，对模型中左上角 10×10 μm^2 的区域进行局部网格细化，共 6 400 个网格。在富 Sn 相有限元模型中，单元数和节点数分别为 12 100 和 12 310。对底边的节点施加 Y 方向的约束，沿对称轴上的节点施加对称约束，加载条件与试验测试情况一致。



(a) 轴对称几何模型

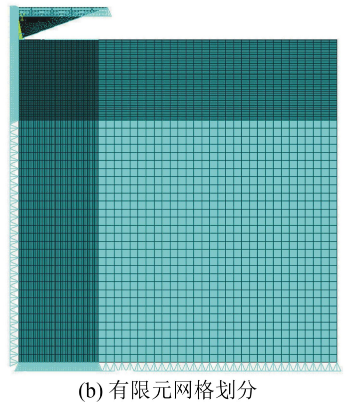

(b) 有限元网格划分

图 1 有限元模型

2 实验结果与分析

2.1 纳米压痕试验的结果

对富 Sn 相进行纳米压痕测试，得到 5 个测试点的弹性模量和硬度的值，弹性模量的平均值为 61.10 GPa，硬度的平均值为 0.37 GPa，试验结果见表 1。图 2(a)给出了试验测试中加载阶段的 5 个测试点的载荷位移曲线及其平均载荷位移曲线。根据文献[16]，将平均载荷位移曲线拟合为抛物线函数曲线，如图 2(b)所示。

表 1 富 Sn 相的弹性模量 E 和硬度 H

测试点	E/GPa	H/GPa
1	59.62	0.33
2	61.18	0.37
3	61.65	0.37
4	61.10	0.36
5	61.95	0.44
平均值	61.10	0.37

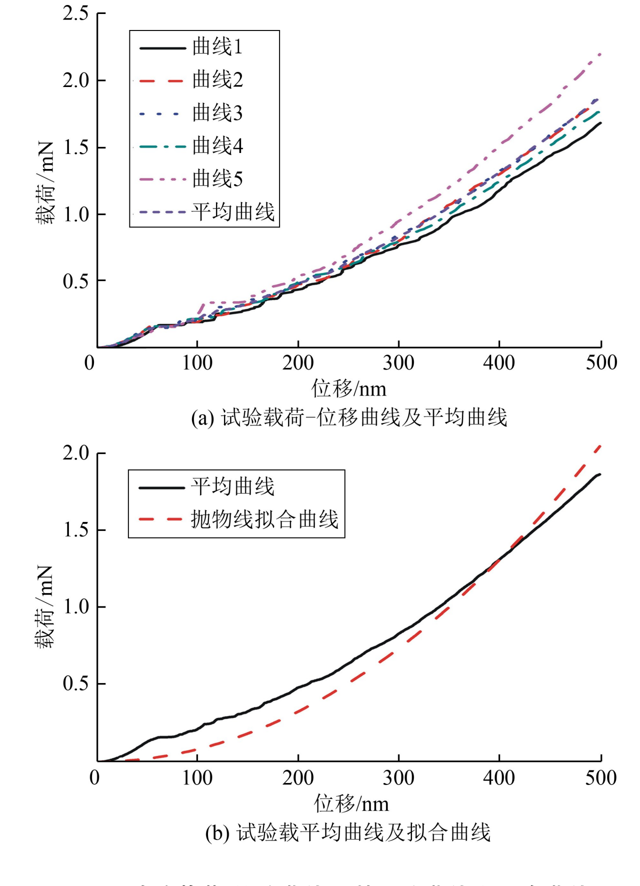


图 2 试验载荷-位移曲线及其平均曲线和拟合曲线

2.2 应力应变关系函数表达式确定

2.2.1 特征应力的确定

根据 Dao 等[9]的理论，当金属材料具有相同特征应力、特征应变和弹性模量时，可以得到相同的加载阶段载荷-位移曲线。因此，在应变强化指数 $n=0$ 的情况下（ANSYS 采用 BISO 模型，将 BISO 模型的

屈服强度假设为富 Sn 相特征应力的值)，根据文献[17]和式(2)估算特征应力 σ_r。

$$\frac{E_r}{H}=0.231\left(\frac{E_r}{\sigma_r}\right)+4.910, \qquad (2)$$

其中：E_r 为等效弹性模量；H 为硬度。

$$\frac{1}{E_r}=\frac{1-\nu^2}{E}+\frac{1-\nu_i^2}{E_i}, \qquad (3)$$

其中：富 Sn 相试样的泊松比 ν 为 0.33；压头的泊松比 ν_i 为 0.07；富 Sn 相试样的弹性模量 E 为 61.10 GPa；压头的弹性模量 E_i 为 1 141 GPa。将富 Sn 相和压头的材料参数输入 ANSYS 中进行反演分析，当最大模拟载荷 F_{max}^{FEM} 与最大试验载荷 F_{max}^{EXP} 的误差大于 0.5%，则按式(4)进行迭代。

$$\sigma_r(i+1)=\sigma_r(i)\frac{F_{max}^{EXP}}{F_{max}^{FEM}}, \qquad (4)$$

其中：$\sigma_r(i)$为第 i 次迭代的特征应力；$\sigma_r(i+1)$为第 $i+1$ 次迭代的特征应力。当得到的模拟最大载荷 F_{max}^{FEM} 和试验最大载荷 F_{max}^{EXP} 误差小于 0.5 且模拟载荷-位移曲线与试验载荷-位移曲线一致时，迭代结束，最终确定特征应力 σ_r 取 82.84 MPa，如图 3 所示。

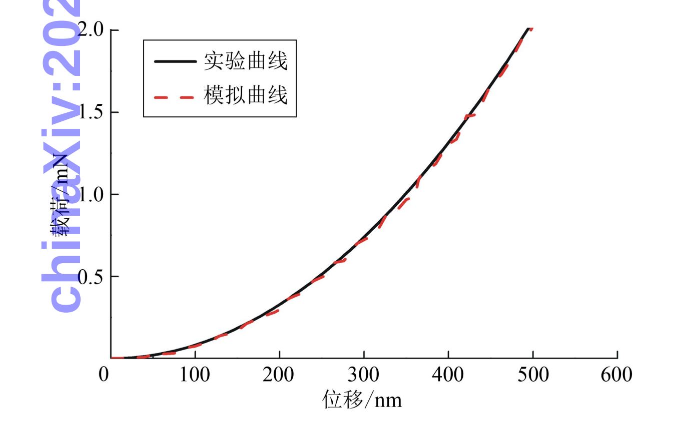


图 3　当 $n=0$ 时的试验载荷-位移曲线和模拟载荷-位移曲线

2.2.2　应变强化指数的确定

由纳米压痕试验得到卸载后的残余深度 h_r 和最大压深 h_m 值，h_r 的平均值为 518.829 0 nm，h_m 的平均值为 534.224 9 nm，如表 2 所示。根据 Dao 等[9]提出的量纲函数，将 h_r、h_m 的值代入式(5)，经计算，应变强化指数 $n=0.309\ 6$。

表 2　残余深度 h_r 和最大压深 h_m

测试点	h_r/nm	h_m/nm
1	513.895 0	535.224 9
2	518.981 9	534.303 8
3	519.038 0	534.554 2
4	516.357 9	530.904 7
5	525.874 3	539.312 6
平均值	518.829 0	534.860 0

$$\frac{h_r}{h_m}=(0.010\ 100n^2+0.001\ 796\ 39n-0.004\ 083\ 7)\left[\ln\left(\frac{\sigma_r}{E_r}\right)\right]^3+(0.143\ 86n^2+0.018\ 153n-0.088\ 198)\left[\ln\left(\frac{\sigma_r}{E_r}\right)\right]^2+(0.059\ 505n^2+0.034\ 074n-0.654\ 17)\left[\ln\left(\frac{\sigma_r}{E_r}\right)\right]+(0.581\ 80n^2-0.088\ 460n-0.672\ 90)。 \qquad (5)$$

2.2.3　特征应变与应力应变关系函数表达式的确定

根据文献[18]，富 Sn 相的特征应变 ε_r 可由式(6)估算得到：

$$\varepsilon_r= \exp(-3.91+166.7/(E_r/\sigma_r+177.3))。 \qquad (6)$$

将得到的特征应力 σ_r、应变强化指数 n 和估算的特征应变 ε_r 代入幂强化模型中(即 $n\neq0$ 时)，可以得出一系列应力-塑性应变点的值，将这些值输入材料属性进行有限元模拟。若最大模拟载荷 F_{max}^{FEM} 与最大试验载荷 F_{max}^{EXP} 的误差大于 0.5%，则按照式(7)进行迭代。

$$\varepsilon_r(i+1)=\varepsilon_r(i)\frac{F_{max}^{FEM}}{F_{max}^{EXP}}, \qquad (7)$$

其中：$\varepsilon_r(i)$为第 i 次迭代的特征应变；$\varepsilon_r(i+1)$为第 $i+1$ 次迭代的特征应变。当得到的模拟最大载荷 F_{max}^{FEM} 和试验最大载荷 F_{max}^{EXP} 误差小于 0.5%且模拟载荷-位移曲线与试验载荷-位移曲线一致时，迭代结束，最终确定特征应变 ε_r 为 0.011 2，如图 4 所示。将已经确定的富 Sn 相的材料参数代入幂强化模型中，最终计算得到富 Sn 相的屈服强度 σ_y 为 31.51 MPa。

综上，本研究中富 Sn 相的应力应变关系函数表达式为

$$\sigma=\begin{cases}61\ 100\varepsilon, \sigma\leqslant 31.51;\\ 31.51(1+1\ 939.07\varepsilon_p)^{0.309\ 6}, \sigma>31.51。\end{cases} \qquad (8)$$

2.3　拉伸试验验证

为了验证采用反演分析方法得到的富 Sn 相应力-应变关系函数表达式的准确性，根据 GBT/228.1—2010 对长度方向中间受力处横截面积为 2.0×5.0 mm² 的富 Sn 相犬骨状试样进行拉伸试验，得到应力-应变曲线，如图(5)所示。拉伸试验测试中所采用的引伸计标距为 25 mm，将试样发生 0.2%塑性变形($R_{p0.2}$)时的应力 29.67 MPa 作为屈服强度，与反

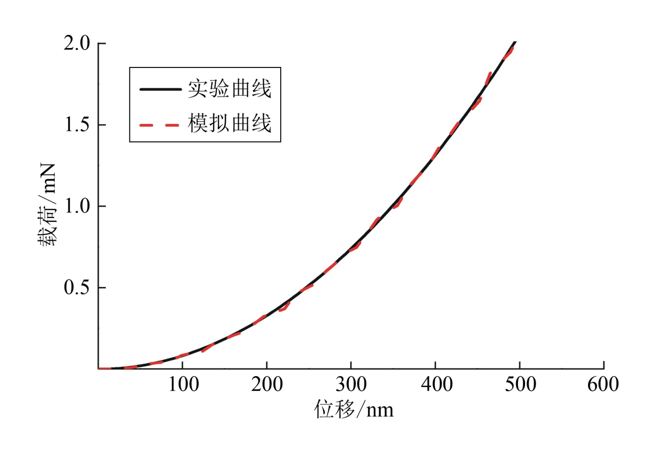


图4 $n\neq 0$ 时的试验载荷-曲线位移和模拟载荷-位移曲线

演分析所得的屈服强度31.51 MPa相接近,可验证本研究通过反演分析得到的富Sn相应力-应变关系函数表达式是正确的。

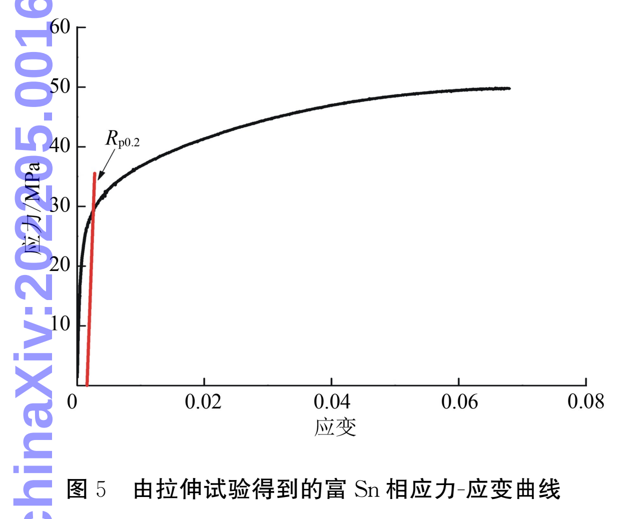


图5 由拉伸试验得到的富Sn相应力-应变曲线

3 结束语

1)由纳米压痕试验测得富Sn相的弹性模量 E 和硬度 H 分别为61.10 GPa和0.37 GPa。

2)将纳米压痕试验测试和有限元反演分析相结合,得到了富Sn相的应力-应变关系函数表达式,利用拉伸试验验证了反演分析结果的正确性。

3)所得富Sn相的力学性能参数及应力应变关系函数表达式对Sn基微焊点微观力学行为研究、力学失效行为分析及可靠性评估具有较为重要的意义。

参考文献:

[1] 秦红波. 无铅微互连焊点力学性能及疲劳与电迁移行为的尺寸效应研究[D]. 广州:华南理工大学,2014:3-4.

[2] TONG H M, LAI Y S, WONG C P. Advanced flip chip packaging[M]. Boston: Springer, 2013: 23-27.

[3] HOEFFLINGER B. ITRS: the international technology roadmap for semiconductors[M]. Heidelberg: Springer, 2011: 161-174.

[4] 秦红波,李望云,李勋平,等. BGA结构无铅微焊点的低周疲劳行为研究[J]. 机械工程学报,2014,50(20):54-62.

[5] CHROKMIK R R, VINCI R P, ALLEN S L, et al. Measuring the mechanical properties of Cu_6Sn_5 and Cu3Sn intermetallics by nanoindentation[J]. JOM, 2003, 55(6): 66-69.

[6] 孔祥霞,孙凤莲,杨淼森,等. Bi和Ni元素对Cu/SAC/Cu微焊点体钎料蠕变性能的影响[J]. 机械工程学报,2017,53(2):53-60.

[7] XIAO Gesheng, YANG Xuexia, YUAN Guozheng, et al. Mechanical properties of intermetallic compounds at the Sn-3.0Ag-0.5Cu/Cu joint interface using nanoindentation[J]. Materials and Design, 2015, 88: 520-527.

[8] 王凤江,钱乙余,马鑫. 纳米压痕法测量Sn-Ag-Cu无铅钎料BGA焊点的力学性能参数[J]. 金属学报,2005,32(4):1-4.

[9] DAO M, CHOLLACOOP N, VAN V K J, et al. Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation[J]. Acta Materialia, 2001, 49(19): 3899-3918.

[10] 马永,姚晓红,田林海,等. 利用纳米压入的反演分析法确定金属材料的塑性性能[J]. 金属学报,2011,47(3):321-326.

[11] 秦飞,项敏,武伟. 纳米压痕法确定TSV-Cu的应力-应变关系[J]. 金属学报,2014,50(6):722-726.

[12] 陈旭. Sn-Bi基焊料组织与性能的研究[D]. 南京:东南大学,2017:1-4.

[13] ZHANG Liang, HAN Jiguang, HE Chengwen, et al. Reliability behavior of lead-free solder joints in electronic components[J]. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 2012, 24(1): 172-190.

[14] KAYA H, BÖYÜK U, ÇADIRLI U, et al. Dependency of microstructural parameters and microindentation hardness on the temperature gradient in the In-Bi-Sn ternary alloy with a low melting point[J]. Metals & Materials Internation, 2018, 14(5): 575-582.

[15] WANG Tonghong, FANG Tehua, LIN Yucheng. Finite-element analysis of the mechanical behavior of Au/Cu and Cu/Au multilayers on silicon substrate under nanoindentation[J]. Applied Physics A, 2008, 90(3): 457-463.

[16] ZHUK D I, ISAENKOVA M G, PERLOVICH Y A, et al. Finite element simulation of microindentation[J]. Russian Metallurgy (Metally), 2017(5): 390-396.

[17] ANTUNES J M, FERNANDES J V, MENEZNS L F, et al. A new approach for reverse analyses in depth-



sensing indentation using numerical simulation[J]. Acta Materialia, 2007, 55(1): 69-81.

[18] LEE J M, LEE C J, KIM B. Reverse analysis of nano-indentation using different representative strains and residual indentation profiles[J]. Materials and Design, 2009, 30(9): 3395-3404.

编辑:张所滨